

PRODUCTION OF FLUORORESIN COATED BODY

Patent number: JP11116278
Publication date: 1999-04-27
Inventor: SUGIMOTO HIROMI; OHASHI MITSUYA
Applicant: CENTRAL GLASS CO LTD
Classification:
- international: C03C17/28; C23C14/12
- european:
Application number: JP19970287276 19971020
Priority number(s):

[View INPADOC patent family](#)

Abstract of JP11116278

PROBLEM TO BE SOLVED: To conveniently apply a fluoro-resin at a low cost and irrespective of a size of a base material to be coated by vapor depositing the low molecular fluoro-resin capable of heat-evaporating in a specified pressure range.

SOLUTION: The resin having an average molecular weight of 500-4000 is preferable as the fluoro-resin to be used and a low mol.wt. PTFE, low mol.wt. FEP, low mol.wt. PFA, etc., are exemplified. These resins are excellent in water repellency, oil repellency, release property, lubricity, chemical resistance, etc., and suitable for the fluoro-resin to be used. The pressure at the time of vapor depositing the resin is within the range of 10-200 kPa and an atmospheric pressure (100 kPa) is preferable. When the resin is vapor deposited at about atmospheric pressure, an average free distance of the evaporated resin becomes very small. Therefore it is necessary to carry the resin vapor to the base material to be coated before its temp. is dropped, and a method in which the vapor is sprayed to the base material with a heated air is effective concretely.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-116278

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月27日

| (51) IntCl. ⁶ | 識別記号 | F I |
|--------------------------|------|-------------------|
| C 0 3 C 17/28 | | C 0 3 C 17/28 A |
| C 2 3 C 14/12 | | C 2 3 C 14/12 |
| // C 0 8 J 7/04 | CEW | C 0 8 J 7/04 CEWA |
| C 0 8 L 27/12 | | C 0 8 L 27/12 |

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平9-287276

(22) 出願日 平成 9 年(1997)10月20日

(71) 出願人 000002200

セントラル硝子株式会社
山口県宇部市大字沖宇部5253番地

(72) 発明者 杉本 博美

埼玉県川越市今福中台2805番地 セントラ
ル硝子株式会社化学研究所内

(72) 発明者 大橋 満也

埼玉県川越市今福中台2805番地 セントラ
ル硝子株式会社化学研究所内

(74) 代理人 弁理士 西 義之

(54) 【発明の名称】 フッ素樹脂被覆体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 撥水性、撥油性、潤滑性等に優れたフッ素樹脂を安価で簡便に基材にコーティングする方法を提供する。

【解決手段】 加温蒸発が可能な平均分子量500～4000のフッ素樹脂を圧力10～200KPaの範囲で蒸着により被覆する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 加温蒸発が可能な低分子量フッ素樹脂を圧力10～200KPaの範囲で蒸着してなる含フッ素樹脂被覆体の製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の低分子量フッ素樹脂の分子量が、平均分子量500～4000であることを特徴とする請求項1記載のフッ素樹脂被覆体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

—【発明の属する技術分野】本発明は、撥水性、撥油性、離型性、潤滑性、耐食性、耐薬品性等が必要な資材に多岐に亘り利用される低分子量フッ素樹脂の被覆方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】フッ素樹脂は撥水性、撥油性、離型性、潤滑性、耐薬品性等に優れた材料として知られており、フッ素樹脂のコーティングにより、これらの性質を他の各種材料表面に付与することが従来よりなされてきた。フッ素樹脂のコーティングには、例えば、特開平5-97477号公報、特開平5-97478号公報、特開平4-48068号公報、特開平1-304936号公報、特開昭58-71977号公報等に開示されているように、塗布、浸漬、真空蒸着、スパッタリング、プラズマ重合等の手法を用いて行われる。

【0003】しかしながら、塗布、浸漬による方法では、フッ素樹脂を液状とするために溶媒が必要であり、PTFEのような溶媒に溶けにくいフッ素樹脂には適用できない。また、真空蒸着、スパッタリング、プラズマ重合では、真空装置、プラズマ発生装置等の設備にコストがかかり、更に、装置内に入らないような大きいものには施工することができない。これ以外にもフッ素樹脂の粉体を焼き付ける方法もあるが、焼き付け温度が比較的高く、基材が限定される。

【0004】

【課題を解決するための具体的手段】本発明者らは、上記の問題点を解決するため鋭意検討の結果、大気圧下で蒸発可能なフッ素樹脂を用いて、安価で簡便に、しかも被覆する基材の大きさに関係なくフッ素樹脂をコーティングする方法を見出し本発明に到達した。

【0005】すなわち本発明は、加温蒸発が可能な低分子量フッ素樹脂を圧力10～200KPaの範囲で蒸着することを特徴とする含フッ素樹脂被覆体の製造方法を提供するものである。

【0006】本発明において、使用する加温蒸発可能な低分子量フッ素樹脂とは、500～4000の平均分子量を持つフッ素樹脂を指し、テロメリゼーション、特公平1-49404号公報、特公平6-67859号公報に開示される方法等で製造された低分子量PTFE、低分子量FEP、低分子量PFA、低分子量CTFE等

ある。特に、特公平1-49404号公報、特公平6-67859号公報記載の方法による低分子量フッ素樹脂は、 F_2 、 NF_3 、ハロゲン化フッ化物および希ガスのフッ化物の少なくとも1種と接触反応させることを特徴としており、該低分子量フッ素樹脂の末端基が CF_3 となっている割合が他法による低分子量フッ素樹脂と比較して多く、撥水性、撥油性、離型性、潤滑性、耐薬品性等が優れているため好適に使用される。本発明において、500以下の分子量を有する低分子量フッ素樹脂は、室温において液状であるため適当ではない。また、4000以上の分子量を有する低分子量フッ素樹脂は、常圧下で加温蒸発が困難なため適当ではない。

【0007】本発明において、圧力は、10～200KPaの範囲で蒸着するのが好ましい。圧力が10KPa以下だと特別な真空容器が必要となり、また、200KPa以上だと圧力容器を必要とし装置経済上好ましくない。蒸着環境、低分子量フッ素樹脂の平均分子量等により適宜決めればよいが、通常は大気圧(100KPa)が好ましい。常圧付近での蒸着においては、蒸発した低分子量フッ素樹脂分子の平均自由行程が極めて小さくなるため、被覆すべき基材まで低分子量フッ素樹脂の蒸気を到達させる工夫が必要である。そのためには、温度が低下する前に基材まで低分子量フッ素樹脂蒸気を運ぶ必要がある。具体的には熱風で蒸気を基材に吹き付ける方法が有効であり、蒸気の温度低下を防止し、かつ基材までの到達時間を短縮できる。本発明に用いる蒸着装置は、低分子量フッ素樹脂を蒸発させる部分と蒸発気化した該低分子量フッ素樹脂を基材に吹き付ける部分より構成される。図1にその概略図を示すが、図2のような一体型の装置の方がコンパクトでより実用的である。

【0008】低分子量フッ素樹脂を蒸発させる方法には、抵抗加熱、熱風加熱、熱線照射等があり、蒸発させる温度範囲は、低分子量フッ素樹脂の分子量等により適宜決めればよいが、蒸気圧が5～100KPaとなる温度範囲が好ましい。これより高い温度ではフッ素樹脂が熱分解を起こし、有害なガスを発生するおそれがあるため好ましくない。また、蒸発した低分子量フッ素樹脂を基材に吹き付ける場合、吹き付けに使用する熱風の温度は、低分子量フッ素樹脂を蒸発させる温度より高く設定する必要がある、具体的には10～100℃高めに設定することが好ましい。低分子量フッ素樹脂を蒸発させる温度より低い温度では粉状の析出物が多くなり、成膜性が悪くなる。熱風の線速は、1～50m/sec、基材の温度は、20～250℃の範囲に保つことが好ましい。ノズルから基材までの距離は、膜質に最も影響を及ぼし、通常5～30mmが好ましい。これより短い距離では基材の温度上昇が激しくなり、また、これより長い距離では粉状の析出物が多くなり、膜が剥がれやすくなる。蒸着時間は、低分子量フッ素樹脂の蒸気濃度、熱風の線速、基材の温度、蒸着すべき膜厚に応じ適宜選択す

ればよい。

【0009】以上述べたように、本発明によれば、撥水性、撥油性、離型性、潤滑性、耐薬品性等に優れたフッ素樹脂皮膜を安価で簡便に、しかも被覆する基材の大きさに関係なくコーティングすることができる。

【0010】

【実施例】以下、実施例に従って本発明を具体的に説明する。本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

—【0011】実施例1～8

図1に示すような常圧蒸着装置の容器内に、平均分子量3000の低分子量PTFE 1を仕込み、容器をヒーター2により340℃に加熱した。配管3より窒素ガスを流量500 sccmに設定して流し込み、容器内に気化した低分子量PTFEをノズル4の方へ導き、所定の線速の熱風によりガラス基板5に吹き付けた。これらの条件およびその評価を表1に示した。評価は、各条件で得

られた被覆した基板について、水に対する接触角(25℃)を協和界面科学(株)製CA-D型を用いて測定する方法で実施した。

【0012】実施例9～10

図2に示すような常圧蒸着装置の上部に微細な孔の開いた容器6内に、平均分子量3000の低分子量PTFE 7を仕込み、容器が340℃に加熱するようにヒーター8を設定し、ファン9で熱風を起こし、気化した低分子量PTFEを所定の線速でガラス基板10に吹き付けた。これらの条件および評価を表1に示す。評価方法は、実施例1～8と同様に実施した。

【0013】比較例1

比較として実施例で使用したのと同じのガラス基板をブランクとして用意し、実施例と同様の方法で評価した。

【0014】

【表1】

| | 熱風の線速 | ノズル間隔 | 蒸着時間 | 接触角 |
|-------|----------|-------|--------|------|
| 実施例1 | 2 m/sec | 5 mm | 3 sec | 60° |
| 実施例2 | 2 m/sec | 5 mm | 15 sec | 102° |
| 実施例3 | 2 m/sec | 3 cm | 3 sec | 23° |
| 実施例4 | 2 m/sec | 3 cm | 15 sec | 62° |
| 実施例5 | 5 m/sec | 5 mm | 3 sec | 75° |
| 実施例6 | 5 m/sec | 5 mm | 15 sec | 104° |
| 実施例7 | 5 m/sec | 3 cm | 3 sec | 40° |
| 実施例8 | 5 m/sec | 3 cm | 15 sec | 70° |
| 実施例9 | 10 m/sec | 5 mm | 10 sec | 108° |
| 実施例10 | 10 m/sec | 3 cm | 10 sec | 106° |
| 比較例1 | — | — | — | 8° |

【0015】

【発明の効果】本発明によれば、大気圧下で蒸発可能なフッ素樹脂を用いて、撥水性、撥油性、離型性、潤滑性、耐薬品性等に優れたフッ素樹脂皮膜を安価で簡便に、しかも被覆する基材の大きさに関係なくコーティングすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の撥水皮膜の製造に使用した常圧蒸着装置の一例を示す概略図である。

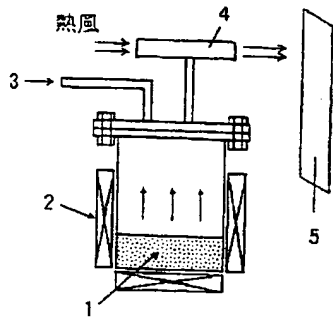
【図2】本発明の撥水皮膜の製造に使用した一体型常圧

蒸着装置の一例を示す概略図である。

【符号の説明】

- 1、7 低分子量PTFE
- 2、8 ヒーター
- 3 配管
- 4 ノズル
- 5、10 ガラス基板
- 6 容器
- 9 ファン

【図1】



【図2】

